

**Metode uji standar untuk *apparent viscosity* minyak
lumas mesin antara temperatur -5 dan -35 °C
menggunakan *Cold-Cranking* simulator**

***Standard Test Methods for Apparent Viscosity of Engine Oils and
Base Stocks Between -5 and -35 °C Using Cold-Cranking Simulator***

(ASTM D5293–10^{E1}, IDT)




© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta



*"This Standard is identical to **ASTM D5293–10^{ε1}**, **Standard Test Methods for Apparent Viscosity of Engine Oils and Base Stocks Between –5 and –35 °C Using Cold-Cranking Simulator**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA. Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8345:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	2
3 Istilah dan definisi	2
4 Ringkasan metode uji	4
5 Arti dan kegunaan.....	4
6 Peralatan	6
7 Pereaksi dan bahan.....	7
8 Bahaya.....	7
9 Pengambilan sampel	8
10 Kalibrasi	8
11 Prosedur operasi untuk CCS terotomasi dan CCS terotomasi-otomatis	13
12 Pelaporan	14
13 Presisi dan bias	14
14 Kata kunci	15
Lampiran (informatif) X1. Prosedur operasi untuk CCS manual.....	16
Lampiran (informatif) X2. Prosedur khusus untuk pengujian minyak viskoelastis tinggi menggunakan peralatan CCS manual.....	25
Lampiran (informatif) X3. Prosedur untuk <i>mini-sample adapter</i>	27
Ringkasan perubahan.....	28

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8345:2016, *Metode uji standar untuk apparent viscosity minyak lumas mesin antara temperatur –5 dan –35 °C menggunakan Cold-Cranking simulator* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D5293–10¹, *Standard Test Methods for Apparent Viscosity of Engine Oils and Base Stocks Between –5 and –35 °C Using Cold-Cranking Simulator*, dengan metode terjemahan.

SNI ini disusun untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*).
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI.
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 11 Desember 2015 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.



Metode uji standar untuk *apparent viscosity* minyak lumas mesin antara temperatur –5 dan –35 °C menggunakan *Cold-Cranking simulator*¹

Standard Test Methods for Apparent Viscosity of Engine Oils and Base Stocks Between –5 and –35 °C Using Cold-Cranking Simulator¹

1 Ruang lingkup*

1.1 Metode uji ini mencakup penetapan *apparent viscosity* secara laboratorium untuk minyak lumas mesin dan *base stocks* menggunakan *cold cranking simulator* (CCS) pada temperatur antara –5 °C dan –35 °C, *shear stresses* sekitar 50 000 sampai 100 000 Pa dan *shear rates* sekitar 10^5 sampai 10^4 perdetik serta viskositas sekitar 900 sampai 25 000 mPa.detik (mPa.s). Kisaran nilai di atas bergantung pada model peralatan dan versi *software* terpasang. Hasil penetapan ini dihubungkan dengan sifat engine-cranking dari minyak lumas mesin.

1.2 Prosedur khusus diberikan untuk pengukuran minyak dengan viskoelastis tinggi pada peralatan manual. Lihat Lampiran X2.

1.3 Prosedur diberikan untuk kedua penetapan *apparent viscosity* minyak lumas mesin secara manual dan otomatis dengan menggunakan *cold-cranking simulator*.

1.4 Nilai-nilai dinyatakan dalam satuan SI yang disetujui sebagai standar. Tidak ada satuan lain dalam pengukuran disertakan dalam standar ini.

¹ Metode uji ini di bawah yurisdiksi ASTM Committee D02 pada *Petroleum Products and Lubricants* dan di bawah tanggung jawab langsung dari subcommittee D02.06 tentang analisa pelumas.

Edisi terbaru disetujui 1 Mei 2010. Dipublikasikan Agustus 2010. Aslinya disetujui tahun 1991. Edisi terakhir sebelumnya disetujui tahun 2009 sebagai D5293-09. DOI: 10.1520/D5293-10

* Ringkasan Perubahan diberikan pada akhir standar ini.

1 Scope*

1.1 This test method covers the laboratory determination of apparent viscosity of engine oils and base stocks by cold cranking simulator (CCS) at temperatures between –5 and –35°C at shear stresses of approximately 50 000 to 100 000 Pa and shear rates of approximately 10^5 to 10^4 s⁻¹ for viscosities of approximately 900 to 25 000 mPa.s. The range of an instrument is dependent on the instrument model and software version installed. Apparent Cranking Viscosity results by this method are related to engine-cranking characteristics of engine oils.

1.2 A special procedure is provided for measurement of highly viscoelastic oils in manual instruments. See Appendix X2.

1.3 Procedures are provided for both manual and automated determination of the apparent viscosity of engine oils using the cold-cranking simulator.

1.4 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. No other units of measurement are included in this standard.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of subcommittee D02.07 on Flow Properties.

Current edition approved May 1, 2010. Published August 2010. Originally approved in 1991. Last previous edition approved in 2009 as D5293-09. DOI: 10.1520/D5293-10.

* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.



1.5 Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan yang terkait dengan penggunaannya. Menjadi tanggung jawab pengguna ini untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan yang tepat dan memastikan penerapan batas-batas peraturan sebelum digunakan. Pernyataan peringatan khusus diberikan dalam Pasal 8.

2 Acuan normatif

1.2 Standar ASTM:²

D2162, *Practice for Basic Calibration of Master Viscometers and Viscosity Oil Standards*

D2602, *Test method for apparent Viscosity of Engine Oils at Low Temperature Using the Cold Cranking Simulator*³.

D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

1.3 Standar ISO:

ISO 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*⁴

3 Istilah dan definisi

3.1 Definisi :

3.1.1

cairan atau minyak Newtonian

cairan yang menunjukkan nilai viskositas konstan pada seluruh *shear rates*.

² Untuk Standar ASTM yang direferensikan, kunjungi website ASTM, www.astm.org, atau hubungi ASTM Customer Service @astm.org . Untuk memperoleh informasi isi Annual Book of ASTM Standards, terdapat didalam the standard's Document Summary page pada website ASTM.

³ Ditarik. Perubahan standar edisi terakhir yang disetujui mengacu ke www.astm.org.

⁴ Disediakan oleh American National Standards Institute (ANSI), 25 W, 43rd St. 4th Floor, New York, NY 10036, <http://www.ansi.org>.

1.5 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. Specific warning statements are given in Section 8.

2 Referenced documents

2.1 ASTM Standards:²

D2162, *Practice for Basic Calibration of Master Viscometers and Viscosity Oil Standards*

D2602, *Test method for apparent Viscosity of Engine Oils at Low Temperature Using the Cold Cranking Simulator*³.

D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

2.2 ISO Standard:

ISO 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*⁴

3 Terminology

3.1 Definitions :

3.1.1

Newtonian oil or fluid

one that exhibits a constant viscosity at all shear rates.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Withdrawn. The last approved version of this historical standard is referenced on www.astm.org

⁴ Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W, 43rd St. 4th Floor, New York, NY 10036, <http://www.ansi.org>.

3.1.2

cairan atau minyak non-Newtonian

cairan yang menunjukkan nilai viskositas yang bervariasi dengan berubahnya *shear stress* atau *shear rates*.

3.1.3

viskositas, η

sifat cairan yang menentukan tahanan dalam untuk mengalir di bawah tekanan, dinyatakan dengan:

$$\eta = \tau / \gamma \quad (1)$$

keterangan

τ = tekanan per unit luas, dan

γ = *shear rates*.

3.1.3.1 Diskusi – Kadang-kadang disebut koefisien viskositas dinamis. Koefisien ini adalah sebuah ukuran tahanan cairan untuk mengalir. Dalam SI, satuan viskositas adalah pascal-detik; untuk penggunaan praktis, satuan (milipascal-detik) lebih sesuai dan ini banyak digunakan. milipascal-detik = 1 cP (centipoise).

3.2 Definisi istilah spesifik untuk standar ini:

3.2.1

apparent viscosity

viskositas yang diperoleh dengan menggunakan metode uji ini.

3.2.1.1 Diskusi – Karena kebanyakan minyak lumas mesin adalah non-Newtonian pada temperatur rendah, *apparent viscosity* dapat bervariasi dengan berubahnya *shear rate*.

3.2.2

minyak pengkalibrasi

minyak yang viskositasnya diketahui dan fungsi viskositas/temperaturnya digunakan untuk menentukan hubungan kalibrasi antara viskositas dan kecepatan rotor *cold-cranking* simulator.

3.2.3

check oil

beberapa minyak uji yang digunakan untuk memantau kinerja pengukuran.

3.1.2

non-Newtonian oil or fluid

one that exhibits a viscosity that varies with changing shear stress or shear rate.

3.1.3

viscosity, η

the property of a fluid that determines its internal resistance to flow under stress, expressed by:

$$\eta = \tau / \gamma \quad (1)$$

where

τ = the stress per unit area, and

γ = the rate of shear.

3.1.3.1 Discussion – It is sometimes called the coefficient of dynamic viscosity. This coefficient is thus a measure of the resistance to flow of the liquid. In the SI, the unit of the viscosity is the pascal-second; for practical use, a submultiple (millipascal-second) is more convenient and is customarily used. The millipascal second is 1 cP (centipoise).

3.2 Definitions of terms specific to this standard:

3.2.1

apparent viscosity

the viscosity obtained by use of this test method.

3.2.1.1 Discussion – Since many engine oils are non-Newtonian at low temperature, apparent viscosity can vary with shear rate.

3.2.2

calibration oils

oils with known viscosity and viscosity/temperature functionality that are used to define the calibration relationship between viscosity and cold-cranking simulator rotor speed.

3.2.3

check oil

a batch of test oil used to monitor measurement performance.

**3.2.4****minyak uji**

minyak yang *apparent viscosity*-nya akan ditetapkan dengan menggunakan metode uji ini.

3.2.5**minyak viskoelastis**

minyak atau cairan *non-Newtonian* yang mengalir terbawa putaran poros rotor.

3.2.4**test oil**

any oil for which the apparent viscosity is to be determined by use of this test method.

3.2.5**viscoelastic oil**

a non-Newtonian oil or fluid that climbs up the rotor shaft during rotation.

4 Ringkasan metode uji

4.1 Motor listrik menggerakkan rotor yang dipasang di dalam stator. Ruang antara rotor dan stator diisi dengan minyak. Temperatur pengujian diukur dekat dinding dalam stator dan dijaga dengan pengaturan aliran bahan pendingin melalui stator. Kecepatan rotor dikalibrasi sebagai fungsi viskositas. Viskositas minyak uji ditetapkan dari kalibrasi ini dan kecepatan rotor terukur.

4 Summary of test method

4.1 An electric motor drives a rotor that is closely fitted inside a stator. The space between the rotor and stator is filled with oil. Test temperature is measured near the stator inner wall and maintained by removing heat with a controlled process to maintain a constant stator temperature during test. The speed of the rotor is calibrated as a function of viscosity. Test oil viscosity is determined from this calibration and the measured rotor speed.

5 Arti dan kegunaan

5.1 *Apparent viscosity* CCS minyak lumpur mesin otomotif berkorelasi dengan *engine cranking* pada temperatur rendah. *Apparent viscosity* CCS tidak dapat digunakan untuk memperkirakan aliran minyak lumpur temperatur rendah ke pompa dan sistem distribusinya. Data *engine cranking* diukur dengan uji *Coordinating Research Council* (CRC) L-49⁵ menggunakan *reference oil* yang mempunyai viskositas antara 600 dan 8 400 mPa.s (cP) pada temperatur -17,8 °C dan antara 2 000 dan 20 000 mPa.s (cP) pada temperatur -28,9 °C.

5 Significance and use

5.1 The CCS apparent viscosity of automotive engine oils correlates with low temperature engine cranking. CCS apparent viscosity is not suitable for predicting low temperature flow to the engine oil pump and oil distribution system. Engine cranking data were measured by the Coordinating Research Council (CRC) L-49⁵ test with reference oils that had viscosities between 600 and 8 400 mPa.s (cP) at -17,8 °C and between 2 000 and 20 000 mPa.s (cP) at -28,9 °C.

⁵. Laporan CRC No. 409 "Evaluation of Laboratory Viscometers for Predicting Cranking Characteristic of Engine Oils at -0°F and -20°F," April 1968 dapat diperoleh dari Coordinating Research, Inc., 219 Perimeter Center Parkway, Atlanta, GA 30346.

⁵. CRC Report No. 409 "Evaluation of Laboratory Viscometers for Predicting Cranking Characteristics of Engine Oils at -0°F and -20°F," April 1968 available from the Coordinating Research Council, Inc., 219 Perimeter Center Parkway, Atlanta, GA 30346.

Hubungan yang rinci antara data *engine cranking* ini dan *apparent viscosity* CCS terdapat pada Lampiran X1 dan X2 edisi 1967 T dari Metode Uji D2602⁶ dan Laporan CRC 409⁵. Karena uji CRC L-49 kurang presisi dan kurang terstandarisasi dibandingkan dengan prosedur CCS, *apparent viscosity* CCS tidak memerlukan perkiraan yang akurat dari perilaku *engine cranking* minyak dalam mesin spesifik. Namun demikian, korelasi *apparent viscosity* CCS dengan hasil rata-rata *engine cranking* L-49 adalah memuaskan.

5.2 Korelasi antara CCS dan *apparent viscosity* dan *engine cranking* ditentukan pada temperatur antara -1 dan -40 °C dengan melakukan pengujian terhadap 17 minyak lumas mesin komersial (SAE 5W, 10W, 15W dan 20W). Baik minyak lumas sintetik maupun mineral dievaluasi. Lihat ASTM STP 621.⁷

5.3. Korelasi antara *light duty engine startability* dengan *apparent viscosity* CCS telah ditetapkan dalam studi unjuk kerja mesin pada temperatur rendah. Studi ini menggunakan sepuluh mesin tahun 1990-an pada rentang temperatur -5 sampai -40 °C dengan 6 minyak lumas mesin komersial (SAE 0W, 5W, 10W, 15W, 20W, dan 25W).⁸

5.4 Pengukuran *cranking viscosity* dari *base stock* secara khusus dilakukan untuk formulasi minyak lumas mesin yang tepat. Minyak pengkalibrasi dalam jumlah yang signifikan digunakan pada metode ini adalah *base stock* yang digunakan pada formulasi minyak lumas mesin.

⁶. Data pendukung sudah didokumentasikan di Kantor Pusat ASTM Internasional dan memperoleh persetujuan *Research Request* RR:D02.1402.

⁷. Stewart, R.M., "Engine Pumpability and Crankability Test on Commercial "W" Grade Engine Oils Compared to Bench Test Results", ASTM STP 621 ASTM 1967, 1968. Buku Edisi Tahunan Standar ASTM 1969, Bagian 17 (Juga dipublikasikan sebagai SAE Paper 780369 dalam Publikasi SAE SP-429).

⁸. Data pendukung sudah didokumentasikan di Kantor Pusat ASTM Internasional dan memperoleh persetujuan *Research Report* RR :D02-1442.

The detailed relation between this engine cranking data and CCS apparent viscosities is in Appendixes XI and X2 of the 1967 T edition of Test Method D2602⁶ and CRC Report 409⁵. Because the CRC L-49 test is much less precise and standardized than the CCS procedures, CCS apparent viscosity need not accurately predict the engine cranking behavior of an oil in a specific engine. However, the correlation of CCS apparent viscosity with average L-49 engine cranking results is satisfactory.

5.2 The correlation between CCS and apparent viscosity and engine cranking was confirmed at temperatures between -1 and -40 °C by work on 17 commercial engine oils (SAE grades 5W, 10W, 15W and 20W). Both synthetic and mineral oil based products were evaluated. See ASTM STP 621.⁷

5.3 A correlation was established in a low temperature engine performance study between light duty engine startability and CCS measured apparent viscosity. This study used ten 1990's engines at temperatures ranging from -5 down to -40 °C with six commercial engine oils (SAE 0W, 5W, 10W, 15W, 20W, and 25W).⁸

5.4 The measurement of the cranking viscosity of base stocks is typically done to determine their suitability for use in engine oil formulations. A significant number of the calibration oils for this method are base stocks that could be used in engine oil formulations.

⁶. Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: D02-1402.

⁷. Stewart, R.M, "Engine Pumpability and Crankability Test on Commercial "W" Grade Engine Oils Compared to Bench Test Result," ASTM STP 621 ASTM 1967, 1968. 1969 Annual Book of ASTM Standards, Part 17 (Also published as SAE Paper 780369 in SAE Publication SP-429.).

⁸. Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR : D02-1442.

6 Peralatan

6.1 Dua model peralatan dapat digunakan dalam metode uji ini: *cold cranking* simulator manual (lihat Lampiran X1) dan CCS otomatis (lihat 6.2 dan 6.3).

6.2 CCS otomatis⁹, terdiri dari motor listrik arus searah (dc) yang menggerakkan rotor di dalam stator; sensor kecepatan rotor atau tachometer yang mengukur kecepatan rotor; dc *ammeter* dan pengatur kontrol arus yang teliti, sistem kontrol temperatur stator yang menjaga temperatur tidak lebih dari 0,05 °C dari titik pengaturan; dan sirkulator pemanas dengan sistem kontrol temperatur, komputer, penghubung komputer, dan pompa injeksi sampel uji.

6.3 CCS terotomasi otomatis⁹— seperti yang diuraikan dalam Subpasal 6.2 dengan penambahan wadah sampel terotomasi yang memungkinkan sampai beberapa sampel dapat diuji secara berturut-turut dengan kontrol komputer tanpa operator.

6.4 Termistor terkalibrasi⁹, sensor untuk dimasukkan ke dalam lubang dekat permukaan dalam stator, untuk menunjukkan temperatur pengujian.

6.4.1 Harus ada kontak panas yang baik antara sensor temperatur dan lubang panas dalam stator, bersihkan lubang panas ini secara berkala dan isikan kembali setetes kecil media penukar panas yang mengandung kadar perak tinggi.

6 Apparatus

6.1 Two types of apparatus are available for use in this test method: the manual cold-cranking simulator (see Appendix X1) and the automated CCS (see 6.2 and 6.3).

6.2 Automated CCS⁹, consisting of a direct current (dc) electric motor that drives a rotor inside a stator; a rotor speed sensor or tachometer that measures rotor speed; a dc ammeter and fine current-control adjust dial; a stator temperature control system that maintains temperature within 0,05 °C of set point; and a heat removal system with a temperature control system, a computer, computer interface, and test sample injection pump.

6.3 Automatic automated CCS⁹ — as described in 6.2 with the addition of an automated sample table allowing multiple test samples to be run sequentially under computer control without operator attention.

6.4 Calibrated thermistor⁹, sensor for insertion in a well near the inside surface of the stator to indicate the test temperature.

6.4.1 There must be good thermal contact between the temperature sensor and the thermal well in the stator; clean this thermal well periodically and replace the small drop of high-silver-containing heat transfer medium.

⁹. Sumber tunggal pemasok peralatan yang diketahui oleh Komite saat ini adalah Cannon Instrument Co, State College, PA 16804. Website: www.cannoninstrument.com. Jika anda tahu penyedia peralatan yang lain, silakan memberikan informasi kepada Kantor Pusat ASTM Internasional. Komentar anda akan diterima dengan pertimbangan yang hati-hati pada pertemuan pertanggungjawaban technical Committee¹, dimana anda dapat mengahadirinya.

⁹. The sole source of supply of the apparatus known to the committee at this time is Cannon Instrument Co., State College, PA 16804. Website: www.cannoninstrument.com. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee¹, which you may attend.

6.5 Sistem pelepas panas

6.5.1 Untuk stator dengan kontak pendingin, dibutuhkan *refrigerator* untuk mendinginkan cairan pendingin guna menjaga temperatur cairan pendingin minimal 10 °C di bawah temperatur pengujian. Apabila temperatur cairan pendingin di bawah -30 °C maka dibutuhkan sistem pendinginan dua tingkat. Panjang pipa penghubung antara CCS dan *refrigerator* harus sependek mungkin (kurang dari 1 meter) dan dengan isolasi yang baik.

6.5.1.1 Cairan pendingin, Metanol kering— Jika terkontaminasi dengan air karena beroperasi pada kondisi kelembaban tinggi, ganti dengan metanol kering untuk menjamin kontrol temperatur yang konsisten.

6.5.2 Untuk stator yang didinginkan dengan termoelektrik, temperatur cairan pendingin berupa air atau cairan lain yang sesuai, yang digunakan dalam sistem pendinginan (*chiller*) harus diatur pada sekitar 5 °C untuk mempertahankan temperatur sampel uji. Cairan pendingin seharusnya mengandung *glycol* 10% untuk mencegah tersumbatnya aliran akibat pembentukan es.

6.5 Heat removal system:

6.5.1 For stators with coolant contact, a refrigerator for the liquid coolant is needed to maintain coolant temperature at least 10 °C below the test temperature. When the coolant temperature is below -30°C a two-stage refrigeration system is likely needed. The length of the tubing connections between the CCS and the refrigerator should be as short as possible (less than 1 m) and well insulated.

6.5.1.1 Coolant, dry methanol – If contaminated with water from operating under high humidity conditions, replace it with dry methanol to ensure consistent temperature control.

6.5.2 For thermoelectric cooled stators, the liquid cooling temperature of the water or other appropriate liquid used in the refrigeration system (*chiller*) should be set to approximately 5 °C in order to maintain the sample test temperature. The coolant should contain 10% glycol to prevent blocking of the flow path by ice formation.

7 Pereaksi dan bahan

7.1 Minyak pengkalibrasi – Minyak Newtonian dengan *cloud point* rendah harus tersertifikasi oleh laboratorium yang terakreditasi ISO 17025 oleh badan independen. Minyak pengkalibrasi harus tertelusur ke prosedur viskometer utama yang tercantum pada metode uji D2162. Perkiraan nilai viskositas pada temperatur tertentu terdapat pada Tabel 1, dimana viskositas yang tepat disertakan pada setiap standar.

7 Reagents and materials

7.1 Calibration oils – Low-cloud point Newtonian oils shall be certified by a laboratory that has been shown to meet the requirements of ISO 17025 by independent assessment. The calibration oils shall be traceable to master viscometer procedures described in Test Method D2162. Approximate viscosities at certain temperatures are listed in Table 1, whereas exact viscosities are supplied with each standard.

8 Bahaya

8.1 Periksa kedua peringatan sifat beracun dan mudah menyala untuk penggunaan metanol atau *glycol*.

8.2 Jika metanol bocor dari peralatan, perbaiki kebocoran sebelum melanjutkan

8 Hazards

8.1 Observe both toxicity and flammability warnings that apply to the use of methanol or glycol.

8.2 If methanol is leaking from the apparatus, repair the leak before continuing

pengujian.

the test.

9 Pengambilan sampel

9.1 Untuk memperoleh hasil yang dapat dipertanggungjawabkan, gunakan cara pengambilan contoh yang sesuai (lihat Prosedur D4507) untuk memperoleh sampel minyak yang mewakili, yang bebas dari bahan padatan tersuspensi dan air. Jika sampel dalam wadahnya diterima di bawah temperatur titik embun ruangan, biarkan temperatur sampel sama dengan temperatur ruangan sebelum membuka wadahnya. Bila sampel mengandung bahan padatan tersuspensi gunakan saringan atau *centrifuge* untuk menghilangkan partikel berukuran lebih besar dari 5 μm . Penyaringan tidak direkomendasikan. JANGAN mengocok sampel minyak. Hal ini akan menyebabkan terperangkapnya udara dan membuat kesalahan pembacaan viskositas.

10 Kalibrasi

10.1 Pada saat peralatan baru pertama kali digunakan atau ada bagian tertentu dari sel viskometer atau komponen penggerak (motor, sabuk, dan seterusnya) yang diganti, tentukan arus motor seperti diuraikan di bawah, Periksa kembali arus motor (pada subbagian 10.3) setiap bulan sampai perubahan arus penggerak kurang dari 0,005 A dan selanjutnya setiap 3 bulan.

9 Sampling

9.1 To obtain valid results, use an appropriate means of bulk sampling (see Practice D4057) to obtain a representative sample of test oil free from suspended solid material and water. When the sample in its container is received below the dew point temperature of the room, allow the sample to warm to room temperature before opening its container. When the sample contains suspended solid material, use a centrifuge to remove particles greater than 5 μm in size and decant off the supernate. Filtering is not recommended. DO NOT shake the sample of test oil. This leads to entrainment of air, and a false viscosity reading.

10 Calibration

10.1 On start-up of a new instrument or when any part of the viscometric cell or drive component (motor, belt, and so forth) is replaced, set the motor current as described below. Recheck the motor current (as described in 10.3) monthly until the change in motor current in consecutive months is less than 0,005 A and every three months thereafter.

Tabel 1 – Minyak pengkalibrasi
Table 1 – Calibration oils

	Calibration Oil						
	Approximate ^A Viscosity in mPa·s at:						
	–5 °C	–10 °C	–15 °C	–20 °C	–25 °C	–30 °C	–35 °C
CL 080	900
CL 090	1 200
CL 100 (10)	1 700
CL 110	1 550	2 500
CL 120 (12)	800	1 600	3 200
CL 130	2 900	4 850
CL 140 (14)	1 600	3 250 ^B	7 000 ^C
CL 150	1 700	2 700	4 600	8 050
CL 160 (16)	2 500	5 500	11 000
CL 170	1 450	2 250	3 700	6 300	11 300
CL 190 (19)	1 800	3 500 ^B	7 400 ^C	17 000
CL 200	1 677	2 650	4 300	7 550	13 700
CL 220 (22)	1 300	2 500	5 100	11 000	...
CL 240	2 550	3 600	6 000	10 700	19 800
CL 250 (25)	1 800	3 500 ^B	7 400 ^C	17 200	...
CL 260	...	1 750	2 700	4 400	7 500	13 400	...
CL 280 (28)	...	1 200	2 500	5 000	9 300
CL 300	...	2 400	3 750	6 100	10 500	19 300	...
CL 320 (32)	...	1 800	3 500 ^B	7 300 ^C	15 900
CL 340	...	2 700	4 200	7 000	12 194
CL 380 (38)	...	2 900	5 800 ^C	13 000
CL 420	...	5 200	8 500	14 405
CL 480 (48)	2 300	4 500 ^B	9 500	21 000
CL 530	...	6 000	9 843	16 881
CL 600 (60)	3 700	7 400 ^C	15 600
CL 680	...	9 550
CL 740 (74)†	6 000 ^B	12 000

^AKonsultasikan nilai spesifik dengan pemasok.

^BPelumas yang digunakan untuk pemeriksaan kalibrasi dengan CCS-2B atau CCS-4 atau 5 dengan perangkat lunak versi 3.x atau 5.x.

^CPelumas yang digunakan untuk pemeriksaan kalibrasi dengan CCS-4 atau 5 perangkat lunak versi 4.x atau 6.x.

† Koreksi tajuk rencana.

^AConsult supplier for specific values.

^BOil to be used for calibration checks with CCS-2B or CCS-4 or 5 with software version 3.x or 5.x.

^COil to be used for calibration checks with CCS-4 or 5 software versions 4.x or 6.x.

† Editorially corrected.

10.2 Verifikasi temperatur – Gunakan *temperature verification plugs* (TVP), pastikan peralatan telah menunjukkan temperatur dengan benar. (Hanya tersedia pada peralatan model baru).

10.2 Temperature verification – Using the temperature verification plugs, verify that the instrument is accurately computing the correct temperature. (Only available on newer model instruments.)

10.2.1 Lepaskan sambungan termistor dari panel belakang dan masukkan TVP biru.

10.2.1 Unplug thermistor connector from the back panel and insert blue TVP.

10.2.2 Pasang tahanan TVP pada *plug* di dalam perangkat lunak layar *Service>CCS Temperature Verification Service*, dan catat perbedaan antara dua layar temperatur.

10.2.2 Enter the TVP resistance for the plug inserted in the software screen *Service>CCS Temperature Verification Service*, and record the difference between the two temperature windows.

10.2.3 Ulangi dengan plug kedua.

10.2.3 Repeat with second plug.

10.2.4 Perbedaan yang tercatat seharusnya kurang dari 0,06°C. Jika perbedaannya

10.2.4 The recorded differences should be less than 0,06 °C. If they are greater, contact

lebih besar, hubungi bagian service instrument service peralatan.

10.3 Arus motor – Gunakan opsi Pengatur Arus Penggerak pada pengkalibrasian minyak sebagai sampel dengan perangkat lunak CL250 (3 500 mPa.s). Opsi ini akan mendinginkan dan merendam sampel pada temperatur uji $-20,0^{\circ}\text{C}$ dengan cara yang sama seperti untuk pengujian sampel. Untuk kalibrasi ulang lihat 10.3.1. Jika arus motor diperiksa ulang, lihat 10.3.2.

10.3.1 Untuk mengatur kecepatan rotor, 20 detik setelah motor berputar, amati kecepatan dan atur menjadi $(0,240 \pm 0,001)$ KRPM (ditampilkan sebagai *SPEED* pada layar komputer) dengan memutar *CURRENT ADJUST DIAL* secara perlahan. Pengaturan ini diselesaikan dalam waktu 50 sampai 75 detik setelah motor berputar. Jika waktunya lebih, ulangi subpasal 10.3.

10.3.2 Ketika pengecekan ulang arus motor, catat kecepatan motor pada 55-60 detik setelah motor berputar. Jika kecepataannya kurang 0,005 KRPM dari 0,240 KRPM catat kecepatan dan arus sebelum dilanjutkan dengan operasi normal. Pilihan lainnya adalah mengatur ulang kecepatan menjadi 0,240 KRPM dan catat besaran arus baru. Kalibrasi ulang tidak perlu dilakukan *kecuali* dua kali pengaturan kecepatan motor yang berurutan telah dilakukan sesuai prosedur, sejak kalibrasi terakhir. Jika kalibrasi ulang tidak diperlukan, lanjutkan ke Pasal 11. Sebaliknya, lakukan sesuai subpasal 10.4.

10.3.3 Ketika pengecekan ulang arus motor, dan kecepatan rotor yang diperoleh lebih besar 0,005 KRPM dari 0,240, atur kembali kecepatan rotor menjadi 0,240 KRPM, dan catat pengaturan arusnya. Lanjutkan kalibrasi sesuai subpasal 10.4.

10.4 Prosedur kalibrasi – Pada setiap temperatur pengujian, kalibrasi dengan minyak yang temperaturnya terdapat dalam Tabel 1 dengan menggunakan prosedur yang diuraikan dalam Pasal 11.

CATATAN 1 Pengguna peralatan CCS 4/5 yang menggunakan perangkat lunak berbasis

10.3 Motor current – Use the Set Motor Current option in the software with CL250 (3500 mPa.s) calibration oil as the sample. This option will cool then soak the sample at test temperature of $-20,0^{\circ}\text{C}$ in the same manner as for a test sample. For a recalibration proceed with 10.3.1. If rechecking motor current, proceed with 10.3.2.

10.3.1 To set the rotor speed, 20 s after the drive motor turns on, monitor the speed reading and adjust to $(0,240 \pm 0,001)$ KRPM (displayed as *SPEED* on the computer monitor) by slowly turning the *CURRENT ADJUST DIAL*. This should be completed within 50 to 75 s after the motor begins to turn. If more time is taken, repeat 10.3.

10.3.2 When rechecking the motor current, note the speed after the motor is on for 55-60 s. If the speed is less than 0,005 KRPM from 0,240 KRPM, note the speed and current before continuing with normal operation. Alternatively, you can readjust speed to 0,240 KRPM and note new current setting. Recalibration is optional *unless* two consecutive adjustments in motor speed have been made in one direction since last calibration. If recalibration is not necessary, proceed with Section 11. Otherwise, proceed with 10.4.

10.3.3 When rechecking the motor current, and the rotor speed is found to differ from 0,240 by more than 0,005 KRPM, then readjust rotor speed to 0,240 KRPM, and record the current setting. Continue the calibration with 10.4.

10.4 Calibration procedure – At each test temperature, calibrate with the oils listed for that temperature in Table 1 using the selection criteria below and the measurement procedure described in Section 11.

NOTE 1 Users of CCS 4/5 instruments using DOS based software need to run the set of

DOS membutuhkan pengaturan kalibrasi minyak sebagai sampel. Pengguna sebaiknya memasukkan data kecepatan dan viskositas ke dalam VISDISK untuk menghitung konstanta kalibrasi. Konstanta baru ini akan dimasukkan secara manual ke dalam dokumen data kalibrasi yang digunakan oleh perangkat lunak CCS. Hubungi penyedia peralatan untuk bantuan.

calibration oils as samples. Users should enter the speed and viscosity data into VISDISK to calculate calibration constants. These new constants would then be entered manually into the calibration data file used by the CCS software. Contact their instrument supplier for assistance.

10.4.1 Persyaratan calibration oil matrix – Untuk setiap uji temperatur terkalibrasi, gunakan Tabel 2, pilih satu minyak dari *Group A*, sedikitnya 3 minyak dari *Group B* dan sedikitnya 1 minyak dari *Group C*. Pilihan dari *Group B* akan dibagi rata ke semua minyak kalibrasi. Sekelompok minyak pilihan akan cukup untuk menyajikan 10 set data berisi temperatur, kecepatan dan viskositas yang diketahui untuk menetapkan persamaan kalibrasi pada subpasal 10.5. Satu jenis minyak kalibrasi dapat dipakai dua kali untuk sepuluh set data temperatur terkalibrasi yang didistribusikan sebagai rentang viskositas minyak pengkalibrasi. Ketika satu jenis minyak pengkalibrasi digunakan kedua kalinya, kemungkinan penempatan sampel pada posisi berdekatan tidak tepat. Sebagai contoh untuk kalibrasi pada temperatur -35°C dapat menggunakan CL080, CL100, CL120, CL140, CL160, CL190 diikuti rangkaian sampel lainnya CL080, CL100, CL120, CL140, CL160, CL190.

10.4.1 Calibration oil matrix requirements – For each test temperature calibrated, using Table 2, select an oil from Group A, at least 3 oils from Group B and at least 1 oil from Group C. The selections from Group B will be evenly distributed over the set of calibration oils. The set of oils selected will be sufficient to provide 10 data sets consisting of temperature, speed and known viscosity for establishing the calibration equation in 10.5. A calibration oil can be included twice to achieve the required 10 data sets for temperature being calibrated that are evenly distributed over the viscosity range of the calibration oils. When including a calibration oil a second times, it is preferable to not place the samples in adjacent positions for the series. For example -35°C calibration could have CL080, CL100, CL120, CL140, CL160, CL190 followed by another set CL080, CL100, CL120, CL140, CL160, CL190 samples.

10.5 Persamaan kalibrasi – Program komputer melakukan regresi data kalibrasi untuk seluruh kisaran viskositas pada setiap temperatur kalibrasi sesuai persamaan berikut:

10.5 Calibration equation – The computer program regresses the calibration data over the viscosity range at each calibration temperature to fit the following equation:

$$\eta = B_0 / (r) + B_1 + B_2 \cdot (r)$$

(2)

$$\eta = B_0 / (r) + B_1 + B_2 \cdot (r)$$

(2)

keterangan:

η = *apparent viscosity*,
 B_0, B_1, B_2 = koefisien regresi, dan
 r = kecepatan rotor dalam KRPM.

where:

η = the apparent viscosity,
 B_0, B_1, B_2 = the coefficients of regression, and
 r = the rotor speed in KRPM.

10.6 Kalibrasi akan memenuhi ketentuan berikut:

10.6 The calibration will meet the following to be valid:

10.6.1 Koefisien regresi yang dihasilkan oleh perangkat lunak adalah 0,99 atau lebih.

10.6.1 The regression coefficient shown by the software will be 0,99 or greater.

10.6.2 Tidak ada data kalibrasi yang memiliki deviasi >1,6% dari nilai bahan

10.6.2 No calibration data that deviates by more than 1,6% from Certified Reference



acuan viskositas bersertifikat. Semua deviasi sebaiknya kurang dari 1%.

Viscosity will be included. It is preferable that all deviations be less than 1%.

Tabel 2 – Kelompok minyak pengkalibrasi berdasarkan temperatur pengujian
Table 2 - Calibration oil sets by test temperature

Test Temperature	Calibration Oil Group A Preferred or Alternate ^A	Calibration Oil Group B Use at least 3 of this group evenly distributed	Calibration oil Group C Use at least one of this group
-35°C	CL080 or CL090	CL090, CL100, CL110, CL120, CL130, CL140, CL150, CL160, CL170, CL200	CL190, CL220, CL240
-30°C	CL100 or CL110	CL110, CL120, CL130, CL140, CL150, CL160, CL170, CL190, CL200, CL220, CL260	CL250, CL280, CL300
-25°C	CL120 or CL130	CL130, CL140, CL150, CL160, CL170, CL190, CL200, CL220, CL250, CL260, CL280, CL300	CL320, CL340, CL380
-20°C	CL140 or CL150	CL150, CL160, CL170, CL190, CL200, CL220, CL250, CL260, CL280, CL300, CL320, CL340, CL380, CL420	CL480, CL530
-15°C	CL190 or CL170	CL170, CL200, CL220, CL240, CL250, CL260, CL280, CL300, CL340, CL380, CL420, CL480, CL530	CL600
-10°C	CL250 or CL260	CL260, CL280, CL300, CL340, CL380, CL420, CL480, CL530, CL600, CL680	CL740

^A Sangat direkomendasikan menggunakan minyak pengkalibrasi dari Group A.

^A It is strongly recommended that the preferred Calibration Oil be used from Group A.

10.6.3 Untuk temperatur uji, jika lebih dari tiga pasang data tidak masuk karena deviasi terlalu besar, ulangi kalibrasinya. Ketika kalibrasi ulang menggunakan rangkaian sampel lengkap dalam masa empat hari pengoperasiannya, semua data mungkin masuk dalam perhitungan koefisien regresi. Ketika dipilih minyak pengkalibrasi jenis lain, dua jenis minyak kalibrasi dari sisa set data sebelumnya tetap harus dimasukkan ke dalam set sampel.

10.6.3 For a test temperature, if more than three pairs of data are excluded because of excessive deviation, repeat the calibration. When a full calibration sample set is used on an repeat calibration within the four operating day time span, all data may be included in calculating the coefficients of regression. When choosing to only run the excluded calibration oils, two calibration oil from the retained data set are to be included in this sample set.

10.6.4 Pada temperatur uji, data kalibrasi harus dikumpulkan secepatnya. Ketika periode waktu lebih dari empat hari, antara awal sampai akhir kalibrasi pada temperatur tersebut, operator harus mengulang satu atau dua minyak pengkalibrasi yang paling awal dan masukkan datanya dalam analisa. Hal ini untuk memastikan bahwa peralatan beroperasi pada domain yang sama dari awal. Apabila pengguna biasa menambahkan data kalibrasi secara rutin ke dalam set data kalibrasi yang aktif, maka perpanjangan empat hari tidak diperlukan.

10.6.4 At a test temperature, the calibration data should be collected within the shortest period of time which is possible. When the period time is greater than four operating days between starting and completing the calibration at a given temperature, the operator must rerun one or two of the earliest calibration oils and include the data in the analysis. This is to ensure the instrument is operating in the same domain that it was initially. When it is the practice of the user to routinely add calibration data to the active calibration data set, the four day period does not apply.

10.6.5 Set data kalibrasi pada temperatur uji harus memiliki sedikitnya 10 titik data yang tersebar dalam kisaran viskositas kalibrasi

10.6.5 A calibration dataset at a test temperature shall contain at least 10 data points distributed over the available

setelah membuang data pencilan.

viscosity calibration range after discarding any outliers.

11 Prosedur operasi untuk CCS terotomasi dan CCS terotomasi-otomatis

11 Procedure for automated and automatic automated CCS operation

11.1 Masukkan sampel uji sedikitnya 55 mL untuk diuji ke dalam botol 60 mL.

11.1 Place a minimum of 55 mL of the sample to be tested into a 60 mL bottle(s).

CATATAN 2 Untuk penggunaan adaptor sampel kecil, instruksinya tercantum pada Appendix X3 menggantikan instruksi pada subpasal 11.1-11.3.

NOTE 2 When using mini-sample adapter, the instructions in Appendix X3 replace those in 11.1-11.3.

CATATAN 3 Untuk penggunaan *changer* sampel otomatis, pastikan botol dirancang sesuai untuk penampungan sampel dan pipa injeksi tidak mencapai bagian bawah wadah. Hal ini untuk menghindari sedimen terhisap masuk ke dalam peralatan.

NOTE 3 When using an automatic sample changer, ensure the bottles are designed to fit the sample tray and that the injection tube does not reach to the bottom of the container, as this will avoid drawing any sediment into the instrument.

11.2 Masukkan identitas dan temperatur uji sampel.

11.2 Enter sample identification and test temperature(s) for the sample.

11.3 Untuk peralatan dengan sampel *changer* otomatis, ulangi 11.1 dan 11.2 sampai semua botol sampel berada di atas baki dan dimasukkan ke dalam matriks uji di komputer.

11.3 For instruments with automatic sample changer, repeat 11.1 and 11.2 until all sample bottles are on the tray and entered into the test matrix on the computer.

CATATAN 4 Direkomendasikan pengecekan minyak dilakukan pada setiap set sampel.

NOTE 4 It is recommended that a check oil be run with each sample set.

11.4 Pengujian sampel dimulai mengikuti instruksi perangkat lunak. Selama pengujian sampel, peralatan akan mendinginkan sampel mendekati temperatur uji dan menahannya selama 180 detik. Setelah target temperatur tercapai, rotor akan mulai berputar dan kecepatan rotor akan tercatat, tetapi hanya kecepatan rata-rata antara 55 dan 60 detik yang akan digunakan untuk perhitungan viskositas.

11.4 Start the sample testing following the software instructions. During the sample testing the instrument will cool the sample to near the test temperature and hold it at that temperature for 180 s. After the soak, the rotor will start turning and the rotor speed will be recorded, but only the average speed between 55 and 60 s will be used to calculate viscosity.

CATATAN 5 Sampel baru secara otomatis menggantikan sampel uji sebelumnya di dalam sel viskometrik tanpa menggunakan pelarut. Kontrol temperatur dan pergerakan-penggerak CCS akan dikontrol oleh komputer. Pengukuran kecepatan rotor dan perhitungan viskositas untuk sampel uji akan ditampilkan dan diperlihatkan oleh komputer.

NOTE 5 The new sample will automatically displace the previous test sample in the viscometric cell without the use of solvent. The temperature control and running of the CCS motor will be computer controlled. The rotor speed measurement and viscosity calculation for the test sample are performed and displayed by the computer.

11.4.1 Ketika menggunakan *check oil* dan berada di luar rentang *reproducibility* yang diharapkan, sehingga hasilnya diragukan.

11.4.1 When using a check oil and it does not fall within reproducibility of the expected value, the results are considered suspect. If

Jika terjadi dua pengukuran berturut-turut, amati ulang kecepatan rotor dengan CL250 pada -20°C . Jika kecepatan rotor tidak berada dalam rentang 0,005 KRPM dari 0,240 KRPM, amati dan cari penyebab perbedaannya. Mungkin diperlukan kalibrasi ulang.

12 Pelaporan

12.1 Laporkan viskositas terhitung dan temperatur seperti yang ditampilkan dalam monitor komputer atau laporan hasil uji.

13 Presisi dan bias

13.1 *Presisi*^{10,11}— Presisi metode uji ini dengan CCS-4/5 (peralatan pendingin kontak) menggunakan versi 4.x atau perangkat lunak yang lebih tinggi dan CCS-2050/2100 (peralatan didinginkan secara termoelektrik) menggunakan modul perangkat lunak ViscPro CCS seri 2100, seperti ditentukan dengan pengujian statistik dari hasil uji antar laboratorium dalam rentang temperatur dari -20°C sampai -35°C dan rentang viskositas 2 700 sampai 15 000 mPa.s untuk setiap peralatan seperti tabel berikut.

	Repeatability	Reproducibility
Constant Cooling Instruments	3,1%	7,3%
Thermoelectrically Cooled Instruments	1,5%	6,0%

13.1.1 *Repeatability*— Perbedaan antara hasil berturut-turut yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metode uji, melebihi nilai pada 13.1 hanya satu dalam dua puluh kasus.

¹⁰. Data pendukung sudah didokumentasikan di Kantor Pusat ASTM Internasional dan memperoleh persetujuan *Research Report* RR : D02-1459.

¹¹. Data pendukung sudah didokumentasikan di Kantor Pusat ASTM Internasional dan memperoleh persetujuan *Research Report* RR : D02-1653.

this occurs on two consecutive measurements, then recheck rotor speed with CL 250 at -20°C . If rotor speed is not within 0,005 KRPM of 0,240 KRPM, then investigate and resolve the cause of the deviation. Recalibration may be necessary.

12 Report

12.1 Report the calculated viscosity and temperature as displayed on the computer monitor or test report.

13 Precision and bias

13.1 Precision^{10,11}—The precision of this test method with CCS-4/5 (contact cooling instruments) using version 4.x or higher software and with CCS-2050/2100 (thermoelectrically cooled instruments) using ViscPro CCS software module for 2100 series, as determined by statistical examination of the interlaboratory test over the temperature range from -20 to -35°C and a viscosity range from 2 700 to 15 000 mPa.s is shown in the table below for each instrument.

	Repeatability	Reproducibility
Constant Cooling Instruments	3,1%	7,3%
Thermoelectrically Cooled Instruments	1,5%	6,0%

13.1.1 *Repeatability*—The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would, in the long run, in the normal and correct operation of this test method, exceed the values in 13.1 only in one case in twenty.

¹⁰. Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting *Research Report* RR : D02-1459.

¹¹. Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting *Research Report* RR : D02-1653.

13.1.2 *Reproducibility*— Perbedaan antara dua hasil tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam pengujian yang banyak, yang melebihi nilai pada 13.1 hanya satu dalam dua puluh kasus.

13.2 Ringkasan studi banding antar laboratorium¹⁰ — Studi banding antar laboratorium yang diikuti tiga belas laboratorium menggunakan sebelas peralatan yang didinginkan secara termoelektrik dan delapan peralatan pendingin kontak mengevaluasi duabelas minyak lumpur mesin dengan rentang viskositas dari 2 700 sampai 15 000 mPa (s) pada temperatur uji dari -20 °C sampai 35 °C. Semua laboratorium menggunakan perangkat lunak versi 4.x atau lebih tinggi untuk peralatan pendingin kontak atau modul perangkat lunak ViscPro CCS untuk mengukur viskositas. Jika tidak ada *base stock* yang spesifik sebagai sampel uji, kalibrasinya berdasarkan penggunaan *base stock* sebagai minyak kalibrasi.

13.3 Bias — Tidak ada bias antara *apparent viscosity* sampel terukur menggunakan peralatan pendingin kontak dan peralatan yang didinginkan secara termoelektrik

13.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, exceed the values in 13.1 only in one case in twenty.

13.2 *Summary of Interlaboratory Study*¹⁰— The interlaboratory study consisted of thirteen participating laboratories using eleven thermoelectrically cooled instruments and eight contact cooling instruments evaluating twelve engine oils with viscosities ranging from 2 700 to 15 000 mPa (s) at test temperatures from -20 to -35 °C. All laboratories used instrument software version 4.x or higher for contact cooling instrument or ViscPro CCS software module to measure the apparent viscosity. While no base stocks were included specifically as test samples, the calibration is based on the use of base stocks as calibration oils.

13.3 Bias—There is no bias between the apparent viscosity of samples measured using contact cooling instruments and thermoelectrically cooled instruments.

14 Kata kunci

14.1 *apparent viscosity; cold cranking; cranking; minyak lumpur mesin; petroleum dan produk petroleum; viskositas*

14 Keywords

14.1 apparent viscosity; cold cranking; cranking; engine oils; petroleum and petroleum products; viscosity

Lampiran
(informatif)

X1. Prosedur operasi untuk CCS manual

Annex

(Nonmandatory Information)
X1. Procedure for manual CCS operation

X1.1 Peralatan

X1.1.1 CCS Manual⁹ terdiri dari motor listrik arus searah (dc) yang menggerakkan rotor di dalam stator; sensor kecepatan rotor atau tachometer yang mengukur kecepatan rotor; dc ammeter dan pengatur kontrol arus yang halus; sistem kontrol temperatur stator yang menjaga temperatur dalam batas $\pm 0,05$ °C dari *set point*; dan sirkulator pendingin yang sesuai dengan sistem kontrol temperatur.

X1.1.2 Termistor terkalibrasi – Sensor yang dimasukkan ke selubung pada permukaan stator, untuk menunjukkan temperatur pengujian.

X1.1.3 Sistem pendinginan – *Refrigerator* cairan pendingin dibutuhkan untuk menjaga temperatur pendingin minimal 10 °C di bawah temperatur pengujian. Pendinginan secara mekanik lebih disukai, tetapi sistem es kering telah digunakan dengan memuaskan. Panjang pipa penghubung antara CCS dan refrigerator harus sependek mungkin dan diisolasi dengan baik.

X1.1.4 Harus ada kontak panas yang baik antara sensor temperatur dan selubung termal pada stator, bersihkan selubung termal secara berkala dan isikan kembali setetes kecil media pemindah panas yang mengandung perak tinggi. Atur temperatur pendingin dalam sel viskometrik minimal 10 °C di bawah temperatur pengujian.

X1.1.5 Pendingin, metanol kering – Jika terkontaminasi dengan air karena beroperasi pada kondisi kelembaban tinggi, ganti dengan metanol kering untuk menjamin kontrol temperatur yang konsisten, terutama bila didinginkan dengan es kering.

X1.1.6 Sirkulator metanol pilihan⁹

X1.1 Apparatus

X1.1.1 Manual CCS,⁹ consisting of a direct current (dc) electric motor that drives a rotor inside a stator; a rotor speed sensor or tachometer that measures rotor speed; a dc ammeter and fine current-control adjust dial; a stator temperature control system that maintains temperature within $\pm 0,05$ °C of set point; and a coolant circulator compatible with the temperature control system.

X1.1.2 Calibrated thermistor—Sensor for insertion in a well near the inside surface of the stator to indicate the test temperature.

X1.1.3 Refrigeration system—A refrigerator for the liquid coolant is needed to maintain coolant temperature at least 10 °C below the test temperature. Mechanical refrigeration is preferred, but dry ice systems have been used satisfactorily. The length of the tubing connections between the CCS and the refrigerator should be as short as possible and well insulated.

X1.1.4 There must be good thermal contact between the temperature sensor and the thermal well in the stator; clean this thermal well periodically and replace the small drop of high-silver-containing heat transfer medium. Adjust the temperature of the coolant to the viscometric cell to be at least 10 °C below the test temperature.

X1.1.5 Coolant, dry methanol—If contaminated with water from operating under high humidity conditions, replace it with dry methanol to ensure consistent temperature control, especially when cooled by dry ice.

X1.1.6 Optional methanol circulator,⁹

Pilihan ini (untuk CCS manual saja) mensirkulasikan metanol hangat melalui stator untuk memfasilitasi penggantian contoh dan membantu penguapan pelarut pembersih.

This option (for the Manual CCS only) circulates warm methanol through the stator to facilitate sample changes and aid the evaporation of cleaning solvents.

X1.2 Pereaksi dan bahan

X1.2.1 Aseton – (**Peringatan** – Bahaya. Sangat mudah menyala. Uapnya dapat menyebabkan kebakaran).

X1.2.2 Metanol – (**Peringatan** – Bahaya. Mudah menyala, uap berbahaya).

X1.2.3 Petroleum nafta – (**Peringatan** – Uap bisa terbakar berbahaya).

X1.2.4 Minyak pengkalibrasi – Minyak Newtonian dengan titik kabut rendah yang viskositas dan fungsi viskositas/temperaturnya diketahui. Perkiraan nilai viskositas pada temperatur tertentu terlihat pada Tabel 1, viskositas yang tepat disediakan pada setiap standar.

X1.2 Reagents and materials

X1.2.1 Acetone — (**Warning** — Danger. Extremely flammable. Vapors can cause fire.)

X1.2.2 Methanol — (**Warning** — Danger. Flammable. Vapor harmful.)

X1.2.3 Petroleum naphtha — (**Warning** — Combustible vapor harmful.)

X1.2.4 Calibration oils—Low-cloud point Newtonian oils of known viscosity and viscosity/temperature functionality. Approximate viscosities at certain temperatures are listed in Table 1, whereas exact viscosities are supplied with each standard.

X1.3 Hazards

X1.3.1 Perhatikan peringatan sifat beracun dan mudah menyala bila menggunakan metanol, aseton dan petroleum nafta.

X1.3.2 Jika metanol bocor dari peralatan, perbaiki kebocoran sebelum melanjutkan pengujian.

X1.3 Hazard

X1.3.1 Observe both toxicity and flammability warnings that apply to the use of methanol, acetone, and petroleum naphtha.

X1.3.2 If methanol is leaking from the apparatus, repair the leak before continuing the test.

X1.4 Kalibrasi CCS manual

X1.4.1 Dalam pengoperasian awal peralatan baru atau bila ada penggantian bagian dari sel viskometrik atau komponen penggerak (motor, *belt*, generator-tachometer, dan seterusnya), tentukan arus motor penggerak yang diperlukan. Pertama, periksa ulang arus penggerak (seperti yang diuraikan dalam X1.4.2) setiap bulan sampai perubahan arus penggerak dalam tiap bulan kurang dari 0,020 A dan kemudian setiap tiga bulan.

X1.4.2 Penetapan arus penggerak –

X1.4 Calibration of manual CCS

X1.4.1 On start-up of a new instrument or when any part of the viscometric cell or drive component (motor, belt, tachometer-generator, and so forth) is replaced, determine the required motor drive current. Initially, recheck the drive current (as described in X1.4.2) monthly until the change in drive current in consecutive months is less than 0,020 A and every three months thereafter.

X1.4.2 Drive current determination—Plug

Pasang tachometer dalam CAL jack, sesuai tempatnya. Lakukan pengujian minyak pengkalibrasi yang mempunyai viskositas 3 500 mPa.s, -20 °C, pada temperatur -20 °C seperti yang diuraikan dalam Pasal 11. Saat motor penggerak dihidupkan, set pembacaan meter-kecepatan pada $0,240 \pm 0,010$ dengan mengatur tombol pengatur arus. Jaga pengaturan arus ini konstan untuk seluruh langkah kalibrasi dan pengujian sampel pada seluruh temperatur. Bila pengaturan arus harus diubah untuk mempertahankan pembacaan pada $(0,240 \pm 0,010)$ satuan dengan minyak acuan 3 500 mPa pada -20 °C, kalibrasi ulang peralatan dengan salah satu prosedur lain seperti diuraikan dalam X1.4.3.

X1.4.3 Prosedur Kalibrasi – Kalibrasi pada setiap temperatur pengujian dengan minyak pengkalibrasi yang sesuai seperti tertera pada Tabel 1 menggunakan prosedur yang diuraikan dalam X1.5.

X1.4.3.1 Bila kisaran viskositas cairan uji yang akan diukur sempit, gunakan minimal tiga minyak pengkalibrasi pada rentang viskositas sempit dari minyak yang diuji.

X1.4.4 Persiapan kurva kalibrasi – Plot viskositas minyak pengkalibrasi sebagai fungsi pembacaan meter-kecepatan, dan gambar sebuah kurva yang halus. Penggunaan kertas koordinat log-log atau kertas grafik linier spesial telah sesuai untuk tujuan. Hati-hati untuk memperoleh titik yang tepat, kekurang hati-hatian menggunakan kertas grafik komersial dapat menimbulkan kesalahan. Lihat Gambar X1.1 untuk contoh sebuah grafik. Gunakan persamaan pada X1.4.4.1 sebagai metode alternatif untuk metode grafik ini

X1.4.4.1 Pilihan lain untuk menyatakan hasil kalibrasi dengan persamaan – Data kalibrasi dengan rentang viskositas yang terbatas sebaiknya menggunakan persamaan berikut :

$$\eta = B_0 / N + B_1 + B_2 N \quad (X1.1)$$

keterangan :

η = viskositas,

B_0, B_1, B_2 = konstanta yang ditentukan dengan

the tachometer into the CAL jack, where fitted with a CAL jack. Run the 3 500 mPa.s, -20 °C viscosity standard at -20 °C as described in Section 11. When the drive motor is turned on, establish a speed meter reading of $0,240 \pm 0,010$ by adjustment of the current adjust dial. Keep this current setting constant for all subsequent calibration and test sample runs at all temperatures. When the current setting must be changed to maintain a dial reading of $(0,240 \pm 0,010)$ units with the 3 500 mPa.s reference oil at -20 °C, recalibrate the instrument by either procedure described in X1.4.3.

X1.4.3 Calibration procedure—At each test temperature, calibrate with the oils listed for that temperature in Table 1 by using the procedure described in X1.5.

X1.4.3.1 When only a narrow viscosity range of test liquids is to be measured, use a minimum of three calibration oils spanning the narrow viscosity range of the oils to be tested.

X1.4.4 Preparation of calibration curves—Plot the viscosity of the calibration oils as a function of speed meter readings, and draw a smooth curve. The use of log-log coordinates or special linearized graph paper have been found suitable for this purpose. Take care to get the best fit to the points found; careless use of commercial drawing curves can lead to excessive errors. See Fig. X1.1 for a typical curve. Use the equation in X1.4.4.1 as an alternative method to this graphical method.

X1.4.4.1 Alternatively expressing calibration results by equation—Calibration data over a limited viscosity range are well represented by the following equation:

$$\eta = B_0 / N + B_1 + B_2 N \quad (X1.1)$$

where:

η = viscosity,

B_0, B_1, B_2 = constants determined with a

minimal tiga minyak pengkalibrasi, dan
 N = pembacaan indikator kecepatan yang diamati, dalam KRPM.

X1.4.4.2 Bila tersedia lebih dari tiga pasang data, regresikan data tersebut dalam persamaan berikut untuk menentukan nilai konstanta B_0 , B_1 , dan B_2 :

$$\eta N = B_0 + B_1 N + B_2 N^2 \quad (X1.2)$$

X1.4.5 Bila hasil pengujian minyak pengkalibrasi tidak masuk dalam $\pm 5\%$ dari nilai yang dihitung pada kurva kalibrasi, periksa ulang kalibrasi sensor temperatur atau uji ulang minyak pengkalibrasi.

CATATAN X1.1 Kurva atau persamaan yang berbeda digunakan untuk setiap temperatur. Tetapi, jika data kalibrasi pada dua atau lebih temperatur sesuai dengan kurva tunggal atau persamaan tanpa bias, kurva tunggal atau persamaan bisa digunakan untuk temperatur tersebut.

X1.5 Prosedur operasi untuk CCS manual

CATATAN X1.2 Pastikan penangas pendingin diaduk selama peralatan beroperasi. Kesalahan perlakuan akan menimbulkan perbedaan temperatur yang besar di dalam penangas pendingin. Perbedaan temperatur yang besar akan mempengaruhi temperatur sampel dan mengurangi presisi pengukuran viskositas.

X1.5.1 Tetapkan persamaan kalibrasi atau kurva kalibrasi (lihat Pasal 10). Sebelum dilakukan rangkaian pengukuran, lakukan pengujian minimal satu dari minyak pengkalibrasi untuk memeriksa keseluruhan peralatan dan kalibrasi setiap temperatur yang penting. Bila arus penggerak untuk minyak digunakan untuk pemeriksaan kalibrasi (lihat Catatan kaki B pada Tabel 1) berbeda lebih dari 0,005 A (ampere) dari yang ditetapkan dalam X1.4.2, set ulang arus ke nilai yang telah ditetapkan dalam X1.4.2, buat pengamatan dan koreksi setelah berjalan 15 detik. Bila pengukuran viskositas minyak pengkalibrasi berbeda lebih dari $\pm 5\%$ dari nilai pada sertifikat, ulangi untuk memastikan pengamatan ini. Bila telah sesuai, kalibrasi ulang seperti pada X1.4.3.

minimum of three calibration oils, and

N = observed speed indicator reading, in KRPM.

X1.4.4.2 When more than three pairs of data are available, regress these data to the following equation to determine the values of the constants B_0 , B_1 , and B_2 :

$$\eta N = B_0 + (B_1 N) + (B_2 N^2) \quad (X1.2)$$

X1.4.5 When check runs of a calibration oil do not fall within $\pm 5\%$ of the values calculated from the calibration curve, recheck the calibration of the temperature sensor or rerun the calibration oils.

NOTE X1.1 A separate curve or equation is intended for each temperature. However, if the calibration data at two or more temperatures fit a single curve or equation without a bias, a single curve or equation maybe used for these temperatures.

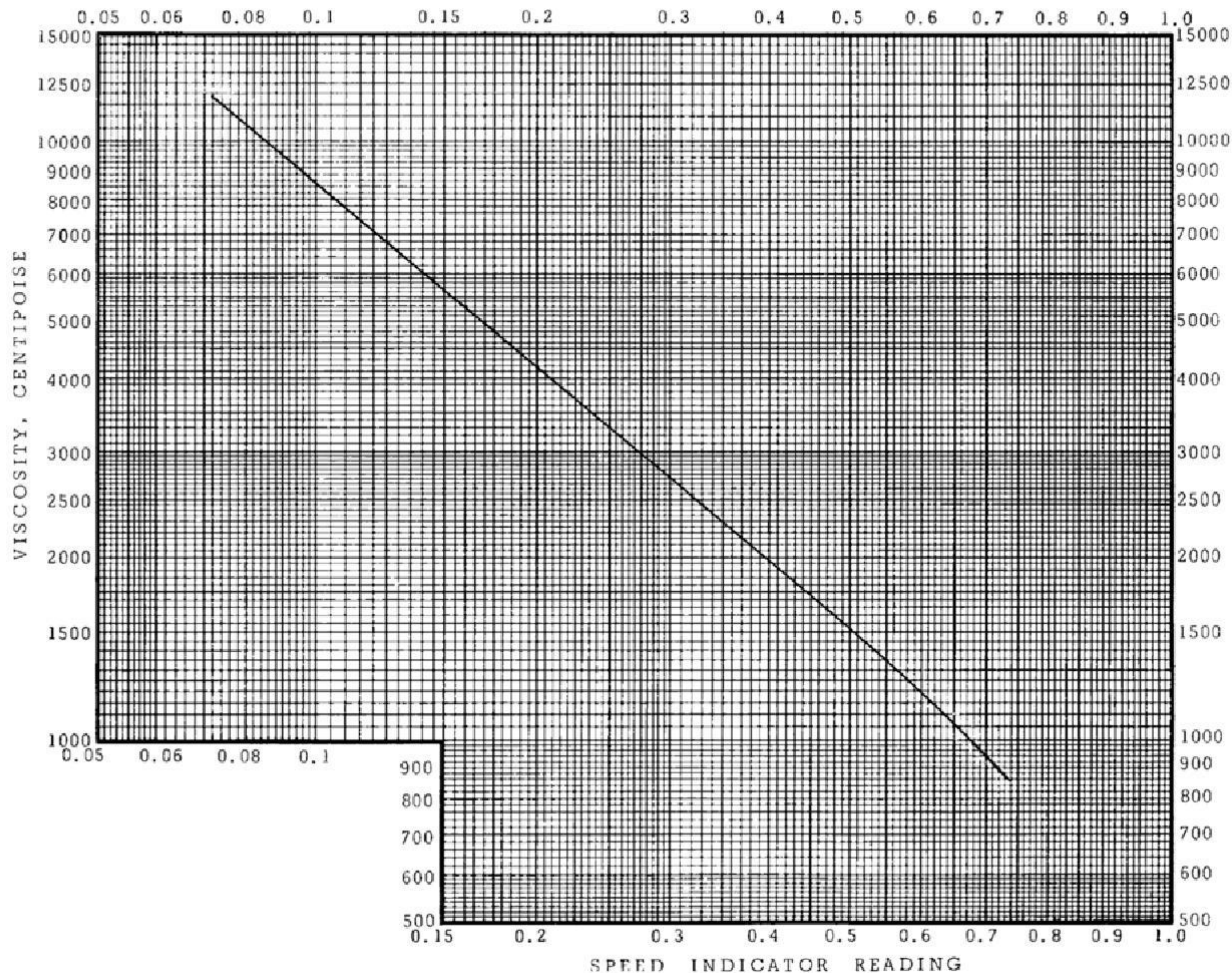
X1.5 Procedure for manual CCS operation

NOTE X1.2 Ensure that the cooling bath is stirred during the operation of the instrument. Failure to do so will permit large gradients in temperature to exist in the cooling bath. These large gradients will affect the sample temperature and reduce the precision of your viscosity measurements.

X1.5.1 Establish the calibration equation or curve (see Section 10). Before any series of determinations, run a minimum of one calibration oil as an overall check on the apparatus and calibration at each temperature of interest. When the drive current for the oil to be used for the calibration check (see footnote B of Table 1) differs by more than 0,005 A (ampere) from that determined in X1.4.2, reset the current to the value previously determined in X1.4.2; make the observation and correction after 15 s of running. When the viscosity measurement of the calibration oil differs by more than $\pm 5\%$ from its certified value, rerun to confirm this observation. When confirmed, recalibrate as in X1.4.3.

CATATAN X1.3 Penggunaan *check oil* atau acuan serupa yang direkomendasikan untuk pemeriksaan menyeluruh terhadap unjuk kerja, dengan interval waktu secara berulang (sekurang-kurangnya setiap bulan).

NOTE X1.3 The use of a check oil or similar reference is recommended for an overall check on all performance, at frequent intervals (at least monthly).



Gambar X1.1 – Grafik kalibrasi yang dilinierkan, cold cranking simulator
FIG. X1.1 – Linearized calibration chart, cold cranking simulator

X1.5.2 Masukkan sampel uji dari pipet tetes (penetes mata) ke dalam tabung pengisian. Pastikan bahwa sampel uji mengisi ruangan antara rotor dan stator dengan cairan yang berlebih di atas rotor untuk mengisi penuh cawan. Putar rotor dengan tangan untuk memastikan permukaan rotor dan stator sudah terlumasi, sementara sampel mengalir di antara rotor dan stator. Isi penuh tabung pengisian dan pasang sumbat karet pada ujung tabung; untuk sampel yang viskoelastis, sumbat ini harus ditekan dengan kuat sementara motor dijalankan (lihat X1.5.2.2) untuk mencegah sampel mendorong sumbat lepas dari tabung dan akan mengakibatkan sampel

X1.5.2 Insert test sample from a dropping pipet (eye dropper) into the filling tube. Be certain the test sample fills the gap between the rotor and stator with an excess of liquid above the rotor to fill the cup completely. Turn the rotor by hand to ensure complete wetting of the surface of the stator and rotor while the test sample flows between the rotor and stator. Fill the filling tube fully and insert a rubber stopper in the end of the tube; for viscoelastic samples this stopper will have to be pressed tightly while the motor is turned on (see X1.5.2.2) to prevent the sample from forcing the stopper out of the tube and allowing the sample to become depleted in the shear area of the

habis dalam *shear* area dari sel viskometrik. Lihat Lampiran X2 untuk prosedur khusus sampel yang sangat viskoelastis.

CATATAN X1.4 Viskositas beberapa minyak yang cukup tinggi pada temperatur kamar dapat mengganggu aliran ke dalam ruang antara rotor dan stator. Untuk minyak yang mempunyai viskositas lebih dari 100 mm²/detik (cSt) pada temperatur kamar, hangatkan sampel (jangan lebih dari 50 °C) sebelum digunakan untuk mengisi sel viskometrik.

X1.5.2.1 Nyalakan kontrol temperatur dan aliran pendingin, dan biarkan stator sampai dingin. Untuk memastikan kontrol temperatur yang optimal, lihat X1.1.3 dan X1.1.4. Catat waktu saat aliran pendingin dinyalakan (gunakan stop watch atau alat lainnya yang bisa menghitung dalam detik). Turunkan temperatur pengujian sampai -20 °C dalam waktu 30 sampai 60 detik dan turunkan sampai -30 °C dalam waktu 60 sampai 90 detik; jika tidak dalam batas tersebut, ganti metanol pendingin (lihat X1.1.5) atau atur temperatur metanol pendingin. Tidak timbulnya pembacaan dalam meter indikator temperatur dan kontrol sirkulasi aliran pendingin menunjukkan temperatur pengujian sudah dicapai. Atur tombol meter sehingga meter menunjuk sedikit ke kiri dari nol, sehingga bila penggerak rotor dijalankan, temperatur pengujian dapat stabil hanya dengan sedikit pengaturan.

(1) Bila temperatur kontrol dicapai lebih lambat dari pada yang diterangkan di atas, ganti metanol pendingin (lihat X1.1.5), atau turunkan temperatur metanol pendingin (lihat X1.1.5).

(2) Bila temperatur kontrol dicapai lebih cepat dari pada yang diterangkan di atas, naikan temperatur metanol pendingin untuk memperoleh kontrol yang memuaskan.

X1.5.2.2 Nyalakan penggerak rotor (180 ± 3) detik setelah aliran pendingin dinyalakan.

X1.5.2.3 Dengan tachometer terpasang dalam CAL jack, catat pembacaan meter-kecepatan segera setelah menyalakan tombol motor. Bila indikator naik dan

viscometric cell. See Appendix X2 for a special procedure for highly viscoelastic test samples.

NOTE X1.4—The viscosity of some oils can be high enough at room temperature to impede flow into the annulus between the rotor and stator. For oils whose kinematic viscosity at ambient temperature exceeds 100 mm²/s (cSt), warm the sample (not exceeding 50 °C) prior to filling the viscometric cell.

X1.5.2.1 Turn the temperature control and coolant flow on, and allow the stator to cool. To ensure optimum control of temperature, see X1.1.3 and X1.1.4. Record the time at which the coolant flow is turned on (use a stopwatch or other means of counting by seconds). Attain control temperature within 30 to 60 s for test temperatures down to -20 °C and within 60 to 90 s for test temperatures down to -30 °C; if not within these limits, replace the cold methanol (see X1.1.5) or adjust the temperature of the cold methanol. A null reading on the temperature indicator meter and the cyclic controlling of coolant flow indicate that test temperature is reached. Adjust the null meter reset knob so that the null meter reads slightly to the left of zero, such that when the rotor drive is turned on the temperature adjustment.

(1) If the control temperature is reached more slowly than outlined above, replace the cold methanol (see X1.1.5), or lower the temperature of the cold methanol (see X1.1.5).

(2) If the control temperature is reached more rapidly than outlined above, raise the temperature of the cold methanol in order to obtain satisfactory control.

X1.5.2.2 Turn on the rotor drive (180 ± 3) s after the coolant flow is turned on.

X1.5.2.3 With the tachometer plugged into the CAL jack, record the speed meter reading immediately after turning on the motor switch. If the indicator rises and then

kemudian turun dengan cepat sampai posisi minimal 5% dari pembacaan tertinggi, kemungkinan ada residu pelarut dalam *shear area*. Perubahan abnormal pengukur kecepatan digital atau pergerakan jarum penunjuk analog dapat juga terjadi sebagai akibat lemahnya kontrol temperatur (ditunjukkan dalam pengukur temperatur) hal ini sering disebabkan oleh lemahnya kontak panas antara selubung termal dalam stator dan *thermistor*. Hentikan pekerjaan. Keluarkan sampel dan bersihkan seperti yang diuraikan dalam X1.5.3. Ulangi prosedur dengan sampel baru, mulai dari X1.5.2.

X1.5.2.4 Catat pembacaan indikator pengukur kecepatan pada (60 ± 5) detik dari saat rotor dijalankan, perkirakan pembacaan pengukur dengan ketelitian $1/10$ dari pembagian skala terkecil pengukur analog, bila tidak digunakan pengukur digital. Matikan penggerak rotor dan aliran pendingin.

X1.5.3 Bersihkan CCS dengan langkah-langkah sebagai berikut :

X1.5.3.1 Sirkulasikan metanol hangat (35 sampai $45\text{ }^{\circ}\text{C}$) disekeliling rotor selama waktu pembersihan. Jaga aliran metanol hangat sampai selesai lihat X1.5.3.2. Lihat X1.5.3.3 untuk prosedur alternatif.

X1.5.3.2 Cuci peralatan dengan nafta petroleum dan diakhiri dengan aseton (hati-hati karena pelarut ini mudah menyala), gunakan vakum untuk mengeringkan peralatan. Putar rotor beberapa kali dengan tangan selama pengeringan akhir dengan vakum untuk memastikan bahwa ruangan antara rotor dan stator bersih dan kering.

X1.5.3.3 Sebagai alternatif penggunaan pelarut pada X1.5.3.1 dan X1.5.3.2, injeksikan 30 mL sampel berikutnya dengan berlebihan untuk membilas sampel sebelumnya dan isi sel dengan sampel baru seperti pada X1.5.2.

X1.5.4 Tinggalkan sampel terakhir dari satu seri pengujian dalam peralatan. Ini akan mencegah kerusakan bila peralatan secara tidak sengaja dihidupkan. Sampel terakhir ini juga dapat digunakan sebagai sampel

drops rapidly to a position at least 5% less than the highest reading, there is possible presence of residual solvent in the shear area. This abnormal digital speed meter change or analog meter needle deflection can also occur as a result of poor temperature control (as indicated on the temperature meter) that is most frequently caused by poor thermal contact between the stator thermal well and the thermistor. Terminate the run. Remove the sample and clean as described in X1.5.3. Repeat the procedure with a fresh sample starting with X1.5.2.

X1.5.2.4 Record speed indicator meter reading at (60 ± 5) s from rotor startup, estimating the meter reading to the nearest $1/10$ of the smallest meter division for the analog meter, when the digital meter is not being used. Turn off rotor drive and coolant flow.

X1.5.3 Clean the CCS by the following steps:

X1.5.3.1 Circulate warm methanol (35 to $45\text{ }^{\circ}\text{C}$) around the stator during the time of cleaning. Maintain flow of warm methanol until X1.5.3.2 has been completed. See X1.5.3.3 for an alternative procedure.

X1.5.3.2 Wash the assembly with petroleum naphtha and finally with acetone (with due care for the flammability of these solvents), using the vacuum to dry the assembly. Turn the rotor several revolutions by hand during final drying with vacuum to ensure that the gap between rotor and stator is clean and dry.

X1.5.3.3 As an alternative to the use of solvents in X1.5.3.1 and X1.5.3.2, inject an excess of 30 mL of the next sample to flush the previous sample and fill the cell with the new sample as in X1.5.2.

X1.5.4 Leave the final sample of a series of runs in the instrument. This will prevent damage if the instrument is accidentally turned on. This final sample can also be used as the sample for the first run after a

pertama setelah periode alat tidak digunakan. Hal ini memungkinkan komponen elektronik dan motor untuk mencapai temperatur dengan mengoperasikan sampel yang sudah ada ditempat. Jangan mencatat data indikator kecepatan dari sampel ini dalam memulai suatu seri baru pekerjaan.

shutdown period. This allowsthe electronic components and motor to come up to temperatureby operation with a sample already in place. Do not recordspeed indicator data from this sample upon starting a new setof runs.

X1.6 Pelaporan CCS manual

X1.6 Manual CCS report

X1.6.1 Hitung *apparent viscosity* sampel dalam mPa.s dari kurva yang direkomendasikan pada X1.4.4 atau Persamaan X1.1 pada X1.4.4.1.

X1.6.1 Calculate the apparent viscosity of the test sample in mPa.s from the graph referenced in X1.4.4 or Eq X1.1 in X1.4.4.1.

X1.6.2 Laporkan nilai yang ditetapkan pada X1.6.1 dengan ketelitian 10 mPa(s) dan temperatur pengujian.

X1.6.2 Report the value determined in X1.6.1 to the nearest 10 mPa(s) and the test temperature.

X1.7 Presisi dan bias

X1.7 Precision and bias

X1.7.1 *Presisi*¹²— Presisi metode uji dengan CCS-2B (manual) ini yang ditentukan dengan pengujian statistik dari hasil uji antar laboratorium dalam rentang temperatur -5°C sampai -30°C dan rentang viskositas 1 560 sampai 10 200 mPa.s adalah sebagai berikut :

X1.7.1 *Precision*¹²—The precision of this test method with CCS-2B (manual) as determined by the statistical examination of the interlaboratory test results over the temperature range from -5 to -30°C and viscosity range from 1 560 to 10 200 mPa.s is as follows:

X1.7.1.1 *Repeatability*— Perbedaan antara hasil berturut-turut yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi metode uji yang normal dan benar, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus.

X1.7.1.1 *Repeatability*—The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would, in the long run, in the normal and correct operation ofthis test method, exceed the following values only in one case in twenty:

repeatability= 5,4% dari rata-rata (X1.3)

repeatability= 5,4% of their mean (X1.3)

¹². Data pendukung sudah didokumentasikan di Kantor Pusat ASTM Internasional dan memperoleh persetujuan *Research Report* RR : D02-1285.

¹². Supporting data have been filled at ASTM international Headquarters and may be obtained by requesting Research report RR : D02-1285.



X1.7.1.2 *Reproducibility* – Perbedaan antara dua hasil tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam pengujian yang banyak, yang melebihi nilai berikut hanya satu dalam dua puluh kasus.

X1.7.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, exceed the following values only in one case in twenty:

reproducibility = 8,9% dari rata-rata (X1.4)

reproducibility= 8.9 % of their mean (X1.4)



Lampiran (informatif)

X2. Prosedur khusus untuk pengujian minyak viskoelastis tinggi menggunakan peralatan CCS manual

X2.1 Sampel dapat menunjukkan sifat yang berbeda pada temperatur rendah dalam CCS, oleh karena itu dibutuhkan variasi prosedur. Beberapa sampel yang berviskoelastis tinggi akan naik ke batang rotor saat penggerak rotor dijalankan. Bila sampel naik dari *shear zone*, kecepatan rotor akan meningkat dengan jelas. Penggunaan sumbat karet pada tabung pengisian (lihat X1.5.2) normalnya akan memastikan bahwa prosedur pada Pasal 11 memuaskan, tetapi, sampel yang berviskoelastis sangat tinggi dapat memerlukan prosedur khusus ini. Prosedur pada X2.2-X2.7 digunakan untuk sampel viskoelastis dan non-viskoelastis. Ada manipulasi yang memerlukan periode waktu yang lebih pendek pada X2.5 daripada X1.5.2. Minyak pengkalibrasi harus dikerjakan dengan prosedur yang sama sebagaimana untuk sampel karena kurva kalibrasi dapat berbeda sedikit.

X2.2 Masukkan sampel dari pipet tetes ke dalam tabung pengisian untuk mengisi ruangan antara rotor dan stator, dengan sedikit berlebih untuk menutup rotor dengan 1 mm cairan. Putar rotor dengan tangan untuk memastikan permukaan rotor dan stator terlumasi sementara bagian terakhir sampel mengalir naik melewati sisi rotor.

X2.3 Nyalakan kontrol temperatur dan aliran pendingin, dan biarkan stator sampai dingin. Turunkan temperatur pengujian sampai $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ dalam waktu 30 sampai 60 detik dan turunkan sampai $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ dalam waktu 60 sampai 90 detik. Untuk menjamin kontrol optimum dari temperatur, *valve* sirkulator pendingin diatur untuk mengontrol pendinginan dengan sampel berviskositas rendah dalam sel viskometrik dan motor simulator dinyalakan; temperatur pendingin untuk sel viskometrik kira-kira $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ di bawah temperatur pengujian. Harus ada

Annex

(Nonmandatory Information)

X2. Special procedure for testing highly viscoelastic oils using the manual CCS instrument

X2.1 Test samples can exhibit different behavior at low temperature in the CCS, thereby requiring procedural variations. Some highly viscoelastic samples will spiral toward the rotor shaft when the rotor drive is started. If the sample climbs from the shear zone, the rotor speed will increase noticeably. The use of the rubber stopper in the fill tube (see X1.5.2) normally will ensure that the procedure in Section 11 will be satisfactory; however, very highly viscoelastic test samples can require this special procedure. The procedure in X2.2-X2.7 is used for both viscoelastic and non-viscoelastic samples. There are more manipulations in shorter time periods required in X2.5 than X1.5.2. Calibration oils must be run by the same procedure as the test samples since the calibration curves can differ slightly.

X2.2 Insert test sample from a dropping pipet into the filling tube filling the gap between the rotor and stator, with a slight excess to cover the rotor with about 1 mm of liquid. Turn the rotor by hand to ensure complete wetting of the surfaces of the stator and rotor while the last portion of sample is following up past the rotor sides.

X2.3 Turn the temperature control and coolant flow on, and allow the stator to cool. Control temperature should be reached within 30 to 60 s for test temperatures down to $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ and within 60 to 90 s for test temperatures down to $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$. To ensure optimum control of temperature, the valve setting on the coolant circulator are set for control of coolant with a low-viscosity test sample in the viscometric cell and the simulator motor turned on; the temperature of the coolant to the viscometric cell is approximately $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ below the test

kontak panas yang bagus dengan sensor temperatur selubung termal dalam stator. Selubung termal ini secara berkala harus dibersihkan (lihat X1.1.4).

X2.4 Tombol reset *null meter* harus diatur sedikit lebih rendah daripada temperatur pengujian, sehingga bila penggerak rotor dinyalakan temperatur pengujian akan stabil tanpa pengaturan temperatur lagi.

X2.5 Jalankan pencatat waktu bila temperatur pengujian sudah dicapai (ditunjukkan oleh meter indikator temperatur dan pengontrol sirkulasi aliran pendingin). Pada (10 ± 2) detik sesudah pencatat waktu dijalankan, tambahkan sampel langsung ke dalam cawan sampai terisi penuh.

X2.6 Nyalakan penggerak rotor pada waktu (30 ± 2) detik sesudah pencatat waktu dijalankan.

X2.7 Catat pembacaan meter indikator kecepatan pada waktu (10 ± 2) detik dari saat rotor dijalankan, perkirakan pembacaan meter dengan ketelitian 0,001 unit. Matikan penggerak rotor dan aliran pendingin.

X2.8 Bersihkan CCS dengan prosedur pada X1.5.3-X1.5.3.3.

X2.9 Presisi pengukuran *apparent viscosity* minyak lumas mesin yang berviskoelastis tinggi belum ditetapkan dan mungkin lebih tidak akurat dibandingkan dengan yang ditetapkan pada X1.7.1-X1.7.1.2.

temperature. There must be good thermal contact with the temperature sensor in the thermal well in the stator. This thermal well should be cleaned periodically (see X1.1.4).

X2.4 The null meter reset knob should be set slightly lower than the test temperature, such that when the rotor drive is turned on the test temperature will be established without further temperature adjustment.

X2.5 Start a timer when test temperature is reached (as indicated by the temperature indicator meter and the cyclic controlling of coolant flow). At (10 ± 2) s after starting the timer, add additional sample directly into the cup, thus filling the cup completely.

X2.6 Turn on rotor drive at (30 ± 2) s after start of timer.

X2.7 Record speed indicator meter reading at (10 ± 2) s from rotor startup, estimating the meter reading to the nearest 0.001 unit. Turn off rotor drive and coolant flow.

X2.8 Clean the CCS by the procedure in X1.5.3-X1.5.3.3.

X2.9 The precision of the measurement of the apparent viscosity of highly viscoelastic engine oils has not been determined and can be expected to be somewhat poorer from that determined in X1.7.1-X1.7.1.2.

Lampiran
(informatif)
X3. Prosedur untuk *mini-sample* adapter

Annex
(Nonmandatory Information)
X3. Procedure for *mini-sample* adapter

X3.1 Peralatan

X3.1.1 Alat *mini-sample* adapter terdiri dari:
(1) *Quick disconnect fitting with internal shutoff.*
(2) *Female Luer lock to quick disconnect fitting.*
(3) *10 mL glass syringe with Luer lock.*

CATATAN X3.1 Semua komponen yang dibutuhkan dalam alat *mini-sample* adapter disediakan oleh produsen alat tersebut.

X3.2 Ringkasan prosedur

X3.2.1 Prosedur pengujian Mini-sampel melewati siklus injeksi sampel otomatis dengan penginjeksian sampel secara manual ke dalam blok stator dari *syringe* 10-mL ketika perangkat lunak menginformasikan untuk penginjeksian sampel.

X3.3 Prosedur

X3.3.1 Setelah peralatan siap untuk dimulai pengujian, masukan identitas sampel dan temperatur uji.

X3.3.2 Isi *dry syringe* bersih dengan sampel ($10 \pm 0,5$) mL.

X3.3.3 Hubungkan *syringe* dengan *quick disconnect fitting* pada blok stator CCS.

X3.3.4 Mulai pengujian sampel dengan menekan, "Enter."

X3.3.5 Jika perangkat lunak memberi informasi untuk menginjeksi sampel, mulailah fase penginjeksian dengan menekan sumbatan *syringe* untuk mendorong kira-kira 2 mL ke dalam stator setiap 20 detik sampai *syringe* kosong. Jangan lepaskan *syringe* pada saat kosong.

X3.3.6 Perangkat lunak peralatan akan melengkapi pengujian sampel secara

X3.1 Apparatus

X3.1.1 *Mini-sample* adapter kit consists of:
(1) Quick disconnect fitting with internal shutoff.
(2) Female Luer lock to quick disconnect fitting.
(3) 10 mL glass syringe with Luer lock.

NOTE X3.1 A *mini-sample* adapter kit containing all the necessary components is available from the instrument manufacturer.

X3.2 Summary of procedure

X3.2.1 The *Mini-sample* test procedure by passes the automatic sample injection cycle by manually injecting the sample into the stator block from a 10-mL syringe when the software calls for sample injection.

X3.3 Procedure

X3.3.1 With instrument ready to begin testing, enter sample identification and test temperature for sample.

X3.3.2 Fill a clean, dry syringe with ($10 \pm 0,5$) mL of sample.

X3.3.3 Connect syringe to quick disconnect fitting on CCS stator block.

X3.3.4 Initiate sample testing by pressing, "Enter."

X3.3.5 When the software calls for the sample to be injected, begin a phased injection by pressing on syringe plunger to push approximately 2 mL into stator every 20 s until syringe is empty. Do not disconnect syringe when empty.

X3.3.6 Instrument software will automatically complete sample testing.

otomatis.

X3.3.7 Ketika pengujian sampel sudah lengkap, maka lepaskan *syringe*.

X3.3.7 When this sample's testing is complete, then disconnect syringe.

X3.3.8 Jika pengujian Mini-sample sudah lengkap, sambungkan kembali *quick disconnect* dengan saluran pompa keluar, kemudian kembali ke Pasal 12.

X3.3.8 If Mini-sample testing is complete, reconnect quick disconnect to pump outlet, then return to Section 12.

X3.3.9 Jika menggunakan Mini-sample adapter lagi, ulangi X3.3.1 sampai X3.3.7.

X3.3.9 If using the Mini-sample adapter again, then repeat X3.3.1 to X3.3.7.

CATATAN X3.2 Rincian instruksi juga disediakan oleh produsen alat.

NOTE X3.2 Detailed instructions are also available from instrumentmanufacturer.

Ringkasan perubahan

Summary of changes

Subkomite D02.07 sudah mengidentifikasi posisi perubahan yang dipilih untuk standar ini sejak keluaran terakhir (D5293–09) terhadap penggunaan standar ini. (Disetujui 1 Mei 2010).

Subcommittee D02.07 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D5293–09) that may impact the use of this standard. (Approved May 1, 2010.)

- (1) Revisi instruksi 10.3.3, 10.6.3, dan 11.4.1.
- (2) Menghilangkan 11.4.2, karena berlebihan.

- (1) Revised 10.3.3, 10.6.3, and 11.4.1 to revise instructions.
- (2) Deleted original 11.4.2, since it was redundant.

Subkomite D02.07 sudah mengidentifikasi posisi perubahan yang dipilih untuk standar ini sejak keluaran terakhir (D5293–08¹) terhadap penggunaan standar ini.. (Disetujui 1 Oktober 2009).

Subcommittee D02.07 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue(D5293–08¹) that may impact the use of this standard. (Approved Oct. 1, 2009.)

- (1) Penambahan CATATAN 2,
- (2) Penambahan Lampiran X3.

- (1) Added Note 2,
- (2) Added Appendix X3.